

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-043910

(43)Date of publication of application : 25.02.1988

(51)Int.Cl.

C08F210/14  
C08F 8/04  
C08F212/04  
G11B 7/24

(21)Application number : 61-188299

(71)Applicant : MITSUBISHI MONSANTO CHEM  
CO

(22)Date of filing : 11.08.1986

(72)Inventor : MURAYAMA MASAMITSU  
KASAHARA KANJI

## (54) OPTICAL DISK BASE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain the title base which is useful for optical high-density information recording media, has a high transmittance, small double refraction, small refractive index and small water absorptivity and does not warp, by using an amorphous thermoplastic resin comprising a specified vinylcyclohexane polymer and a vinyl aromatic polymer as a constituent.

**CONSTITUTION:** 100W80wt% vinylcyclohexane polymer (A) containing at least 80wt% vinylcyclohexane component in the molecular chain, obtained by hydrogenating a vinylaromatic polymer, is mixed with 0W20wt% vinylaromatic polymer (B) such as an amorphous polymer of a vinylaromatic compound [e.g., ( $\alpha$ -methyl)styrene] or an amorphous copolymer of a major proportion of this compound with another vinyl compound copolymerizable therewith (e.g., butadiene) to obtain an amorphous thermoplastic resin of a transmittance  $\cdot$ 85%, a water absorptivity  $\cdot$ 0.1wt% and a double refraction  $\cdot$ 50nm. This resin is molded into any desired shape by using, e.g., an injection molding machine or a compression molding machine for manufacturing compact disks or optical disks.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-43910

⑮ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)2月25日

C 08 F 210/14  
8/04  
212/04  
G 11 B 7/24

M J R  
M G B  
M J T

8319-4J  
7167-4J  
7602-4J  
Z-8421-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑭ 発明の名称 光ディスク基板

⑯ 特 願 昭61-188299

⑰ 出 願 昭61(1986)8月11日

⑱ 発 明 者 村 山 政 充 三重県四日市市青葉町800-143  
⑱ 発 明 者 笠 原 勘 司 神奈川県横浜市緑区つつじヶ丘5-6  
⑲ 出 願 人 三菱モンスント化成株 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号  
式会社  
⑳ 代 理 人 弁理士 長谷川 一 外1名

明 細 書

1 発明の名称 光ディスク基板

2 特許請求の範囲

(1) 分子鎖中にビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有するビニルシクロヘキサン系重合体(A)100~80重量%、およびビニル芳香族系重合体(B)0~20重量%よりなり、かつ、光線透過率が85%以上、吸水率が0.1重量%以下、および複屈折が50nm以下の非晶性熱可塑性樹脂よりなることを特徴とする光ディスク基板。

(2) ビニルシクロヘキサン系重合体(A)が、ビニル芳香族系重合体(B)の芳香族環を水素化されたものであることを特徴とする、特許請求の範囲第(1)項記載の光ディスク基板。

3 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は、光ディスク基板に関する。更に詳しくは、光線透過率、吸水率および複屈折の優れたビニルシクロヘキサン系重合体(A)を主成分とす

る非晶性熱可塑性樹脂より構成され、光学式高密度情報記録媒体として使用される光ディスク基板に関するものである。

「従来技術」

コンピュータを利用した情報処理技術が進むに伴ない、大容量のデジタルデータ記憶装置が必要となっており、産業用のファイルシステム等のデータ記録、民生用の画像記録および音声記録等の記憶装置としては、光ディスクが使用されるようになった。この光ディスクとはレーザーの光ディスク面における光学反射または磁気効果等による変化を利用して、光ディスク面からデジタル信号を再生および/または記録できるようにした、光学式高密度情報記録媒体である。

これ迄、光ディスクとしては、コンパクトディスク、ビデオディスク、コンピュータ用光メモリディスク、光磁気ディスクおよび光カード等のデジタルデータ記憶装置が開発または使用されている。これら光ディスクは、光ディスク基板およびメモリ機能膜等から構成されるが、このうち光

ディスク基板用材料としては、次のような特性が要求されている。

- ① 光線透過率が高いこと
- ② 吸水率および吸水寸法変化が小さいこと
- ③ 複屈折が小さいこと
- ④ 屈折率のバラツキが小さいこと
- ⑤ 熱変形温度が高いこと
- ⑥ 成形性が良好なこと

従来、光ディスク基板用材料としては、ノチルノタクリレート樹脂、ポリカーボネート樹脂等の熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂等の熱硬化性樹脂、ガラス等の無機材料が使用されている。これらの光ディスク基板用材料は、上記した要求特性について、各々いくつかの欠点を持っている。

ノチルノタクリレート樹脂は、吸水率が大きく、吸水によって寸法が経時的に変化し、使用途中で光ディスク基板に反りを生じ、光ディスクとして重要な平面性が低下したり、クラックが生じたり、また2枚貼り合せの光ディスクとした場合には接着部が剝離したり、歪応力により複屈折が現われ

易い等の欠点があった。これらの欠点を軽減するため、特開昭60-217215に示されるような親水性単量体を共重合したり、または光ディスクの表面に親水性膜を形成させ、吸水率を減少させる試みがなされているが、充分ではない。ノチルノタクリレート樹脂の吸水率を大巾に減少させることは、分子構造からみて、極めて困難である。この樹脂は熱変形温度が低いのも、欠点の一つである。

ポリカーボネート樹脂は、複屈折が大きいので、複屈折が小さくなる条件で光ディスク基板を成形する方法が採用されているが、まだ充分には解決されていない。このため、複屈折の許容限度が比較的緩かな小口径で再生専用の音楽用のコンパクトディスク等には、よく使用されている。また、ポリカーボネート樹脂は、表面硬度が低いため、光ディスクの使用中に表面が傷つき易い。

エポキシ樹脂は、熱硬化性樹脂に特有な成形装置が必要であり、熱可塑性樹脂と比べて、成形サイクルが長く成形コストが高くなる。さらに、再

生使用ができないという欠点もある。

ガラスを光ディスク基板として使用するときは、ガラスの密度が大きいので光ディスクが重くなるという欠点と、衝撃強度が小さいためガラス製の光ディスクの使用および保存等の取扱いが、慎重にしなければならないという欠点がある。また、ガラスは、熱可塑性樹脂ではないので、大量生産システムである樹脂成形工程では製造できない。さらに、ガラス製の光ディスク基板は、表面樹脂加工と後処理等の複雑なノセリー記録工程が必要になり、生産性が低くコストが高くなる。

#### 「発明が解決しようとする問題点」

本発明者らは、上記のような従来の光ディスク基板の諸欠点を解決することを目的として、鋭意研究を重ねた結果、本発明を完成するに至ったものである。すなわち、光学的高密度情報記録媒体として使用される、光線透過率、吸水率、および複屈折の優れたビニルシクロヘキサン系重合体(A)を主成分とする非晶性熱可塑性樹脂よりなる、光ディスク基板を提供しようとするものである。

#### 「問題点を解決するための手段」

しかして本発明の要旨とするところは、分子鎖中にビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有するビニルシクロヘキサン系重合体(A)100~80重量%、およびビニル芳香族系重合体(B)0~20重量%よりなり、かつ、光線透過率が85%以上、吸水率が0.1重量%以下、および複屈折が50nm以下の非晶性熱可塑性樹脂よりなることを特徴とする光ディスク基板に存する。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明に係る光ディスク基板は、非晶性熱可塑性樹脂によって構成される。

本発明において、非晶性熱可塑性樹脂とは、立体規則性または結晶性のものを実質的に含まない熱可塑性樹脂をいう。光ディスク基板の構成樹脂を非晶性熱可塑性樹脂とするのは、内部構造に立体規則性または結晶性があると、光学的に不均質となり濁りまたはゆらぎ等の原因となるからである。内部構造の立体規則性または結晶性が実質的に無視でき非晶性と考えられる場合には、上記の

非晶性熱可塑性樹脂は、光学的に均質で透明となり、光ディスク基板に好適なものとなる。

上記の非晶性熱可塑性樹脂は、それ自体で成形可能なものがよい。成形可能なものとは、通常の押出成形、射出成形、圧縮成形等の成形法によって、実用的な強度をもった製品が得られることを意味し、特に低分子量のものまたは超高分子量のものではないことを意味している。

本発明に係る光ディスク基板は、分子鎖中にビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有するビニルシクロヘキサン系重合体(A)100〜80重量%、およびビニル芳香族系重合体(B)0〜20重量%よりなる非晶性熱可塑性樹脂によって構成される。

本発明に係る光ディスク基板用としてのビニルシクロヘキサン系重合体(A)は、分子鎖中にビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有する重合体でなければならない。ビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有していないと、光ディスク基板として重要な物性である光線透過率、吸

収率、複屈折等が不良となり、諸物性間のバランスが悪化するからである。

ビニルシクロヘキサン系重合体(A)とビニル芳香族系重合体(B)とを混合する際には、ビニル芳香族系重合体(B)を20重量%まで混合することができる。ビニル芳香族系重合体(B)を混合すると、上記の非晶性熱可塑性樹脂の成形加工性を向上し、耐衝撃性等の諸物性の向上を図ることができるので好ましい。しかし、ビニル芳香族系重合体(B)を20重量%以下にしないと、光ディスク基板において特に重要な複屈折が規格を超え、混合物が相溶性を失って濁りを生じ光線透過率が低下するので好ましくない。

ビニルシクロヘキサン系重合体(A)は、次の二つの方法によって容易に製造することができる。

① ビニル芳香族系重合体(B)を水素化して、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)とする方法。

② ビニルシクロヘキサン類等の化合物を原料として、重合反応により、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)とする方法。

本発明でビニル芳香族系重合体(B)とは、ビニル芳香族化合物の非晶性の重合体、およびビニル芳香族化合物を主成分とし、ビニル芳香族化合物と共重合しうる少量の他のビニル化合物を含む非晶性の共重合体をいう。共重合体の場合は、他のビニル化合物を20重量%まで含んでいてもよい。20重量%を超えると、ビニル芳香族系重合体(B)の光線透過率、成形加工性、耐熱性、耐衝撃性または表面硬度等の性質が低下するおそれがあるので、好ましくない。ビニル芳香族系重合体(B)が非晶性であると、これを水素化して得られるビニルシクロヘキサン系重合体(A)も非晶性となり光ディスク基板構成材料として好適である。

ビニル芳香族化合物としては、スチレン、ローメチルスチレン、p-メチルスチレン、m-ブチルスチレンまたはビニルナフタレン等があげられる。これらは、1種または2種以上の混合物であってもよい。

他のビニル化合物としては、ブタジエン、イソブレン等のジエン系化合物、ノタルノタクリレー

ト、シクロヘキシルノタクリレート等のノタクリル酸エステル類、ノタルアクリレート、ブチルアクリレート等のアクリル酸エステル類、ノタクリル酸、アクリル酸、イタコン酸またはアクリロニトリル等があげられる。これらは、1種または2種以上の混合物であってもよい。

ビニル芳香族系重合体(B)の製法は、特に制限がない。ビニル芳香族系重合体(B)は、上記化合物を原料とし、既存の合成樹脂または合成ゴムの製造で使用しているラジカル重合触媒またはアニオン重合触媒を用い、塊状、溶液、懸濁、または乳化等の重合方法により、製造することができる。

前記①の方法によって、ビニル芳香族系重合体(B)を水素化して、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)を得るには、次のような手順によることができる。

この①の方法によるときは、重合体分子鎖中の芳香族環を構成する炭素に水素を付加するので、通常のオレフィン化合物の水素化の場合と較べて、過酷な水素化条件が必要である。

すなわち、水素化触媒としては、触媒活性および触媒選択性が高いものを、選択し使用するのが好ましい。これ以外の水素化触媒を使用すると、水素化に時間がかかるばかりでなく、水素化されるビニル芳香族系重合体(B)の分子鎖が切断するという副反応が起き、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)の分子量低下の原因となる。

前記①の方法において使用できる水素化触媒の形態としては、固体状および液状の触媒があげられる。固体状の触媒の具体例としては、ルテニウム、ロジウム、パラジウム、白金、ニッケル等の貴金属の微粉末、またはこれら貴金属類を活性炭等の担体上に担持した触媒、等があげられる。液状の水素化触媒の具体例としては、クロムまたはコバルト等の遷移金属元素の有機溶媒に可溶化した錯体をアルキル金属化合物により還元して得られる溶液型の触媒等があげられる。

前記①の方法によるときは、水素化反応を溶液で行うのがよい。この際、使用しうる溶媒としては、ビニル芳香族系重合体(B)および生成する

ビニルシクロヘキサン系重合体(A)を溶解できる溶媒系で、触媒毒とならない溶媒がよい。溶媒の具体例としては、シクロヘキサン等のシクロアルカン類、およびn-ヘキサン等のアルカン類等があげられる。水素化条件を調整するために、前記溶媒系にアルコール類等の両性化合物を、若干量添加してもよい。

水素化反応条件は、ビニル芳香族系重合体(B)の種類、温度、触媒の種類、濃度、および使用する溶媒等に応じて、反応温度、反応圧力および反応時間等、これまで通常採用されている水素化反応の条件を、適宜組み合わせ選択することができる。

前記①の方法によるときは、水素化反応を終えた後、反応溶液からの触媒の除去等後処理をするのが好ましい。これは、触媒の除去が不充分だと、得られるビニルシクロヘキサン系重合体(A)の光線透過率の低下、および異物混入等の原因となるからである。

水素化触媒を除去した反応溶液から、ストリッピングまたは再沈殿等の方法により溶媒を除き、

乾燥することによって、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)を得ることができる。

前記①の方法によるときは、ビニル芳香族系重合体(B)の分子鎖中のランダムな芳香族環に水素が付加したものが得られる。通常は、一つの芳香族環を構成する全ての炭素について、一斉に水素の付加反応がおこる。

この①の方法に従って、分子鎖中にビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有するビニルシクロヘキサン系重合体(A)を得るには、ビニル芳香族系重合体(B)の分子鎖中の芳香族環の80重量%以上を水素化する条件を選択すればよい。ビニル芳香族系重合体(B)が他のビニル化合物を含む共重合体であるときは、分子鎖中の芳香族環の水素化率を高める条件を選択すればよい。

前記②の方法によってビニルシクロヘキサン系重合体(A)を得るには、カチオン重合方法とチーグラー型触媒を用いて配位アニオン重合による方法がある。

この②の方法によるときは、ビニルシクロヘキ

サン類化合物の重合体、またはビニルシクロヘキサン類化合物を主成分とし、ビニルシクロヘキサン類化合物と共重合しうる少量の他のビニル化合物との共重合体を得られる。共重合体の場合には、他のビニル化合物を20重量%以下に調整すれば、分子鎖中にビニルシクロヘキサン成分を80重量%以上含有するビニルシクロヘキサン系重合体(A)を容易に得ることができる。

ビニルシクロヘキサン類化合物としては、ビニルシクロヘキサン、α-メチルビニルシクロヘキサン、ビニルメチルシクロヘキサンおよびビニルブチルシクロヘキサン等があげられる。これらは1種または2種以上の混合物であってもよい。

他のビニル化合物としては、先きにビニル芳香族化合物と共重合しうるものとして例示した化合物のほか、エチレン、プロピレン、4-メチル-1-ペンテン等のα-オレフィン類等があげられる。これらは1種または2種以上の混合物であってもよい。これら化合物は、目的とするビニルシクロヘキサン系重合体(A)の性質、採用する重合

方式および重合触媒等に応じて、適宜選択組み合わせることができる。

前記④の方法のうち、カチオン重合による方法では、通常のカチオン重合技術をそのまま使用してよい。例えば、上記化合物を用い、三臭化アルミニウム等のカチオン重合触媒を使用して、0℃以下の重合温度で、概略重合により、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)を得ることができる。カチオン重合においては、低分子量のビニルシクロヘキサン系重合体(A)が生成し易いので、重合温度を低くして、重合における連鎖移動を小さくするのが好ましい。

前記④の方法において、チーグラー型触媒を用いた配位アニオン重合による方法では、通常の配位アニオン重合による技術をそのまま用いてよい。例えば、前記化合物の単量体を用い、三塩化バナジウム・トリエチルアルミニウム等の遷移金属化合物とアルキル金属化合物による錯体のチーグラー型触媒を使用して、0℃〜150℃で重合することにより、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)

を得ることができる。チーグラー型触媒は、生成する重合体の内部構造に立体的規則性や結晶性を付与する傾向があるので、非晶性のビニルシクロヘキサン系重合体(A)を得るためには、チーグラー型触媒の種類および使用する単量体化合物の種類に応じて、適宜、重合系に添加剤または助触媒として、ラングマイザー、アタクチック化剤、または遷移金属化合物の複合使用等を行うのが好ましい。

上記ビニルシクロヘキサン系重合体(A)に混合することができるビニル芳香族系重合体(B)は、ビニルシクロヘキサン系重合体(A)の製造方法④の記載部分におけるビニル芳香族系重合体(B)の内容と同一である。

本発明に係る光ディスク基板は、前記の非晶性熱可塑性樹脂を原料として、コンパクトディスクまたは光ディスク成形用の射出成形機または圧縮成形機等を用いた、成形によって得られる。光ディスク基板の成形には、光ディスクの精緻な凹凸に対応した金型と、成形量を小さくするための成形

条件の選択が必要である。光ディスク基板の成形途中での異物の混入を防ぐため、クリーンルームのような清浄な雰囲気で作業するのが必要である。

本発明の目的を効果的に達成するためには、前記の非晶性熱可塑性樹脂は、光線透過率が85%以上、吸水率が0.1重量%以下、および屈折率が1.50以下でなければならない。

本発明において「光線透過率」とは、JIS K 7105-1981(測定法A)に従い、積分球式光線透過率測定装置を使用して、厚さ $2.5 \pm 0.2$ mmの成形板の全光線透過率を測定したものをいう。熱可塑性樹脂の光線透過率が、85%未満の場合には、光ディスク基板内にレーザーが吸収され、光ディスクのデジタル信号の再生および/または記録が困難となるので、好ましくない。

本発明において「吸水率」とは、JIS K 7209-1984(A法)に従い、厚さ $2.5 \pm 0.2$ mmの成形板を所定の正方形に切断し、蒸留水に $24 \pm 1$ 時間浸漬して、測定した吸水率をいう。熱可塑性樹脂の吸水率が0.1重量%を超える場

合には、光ディスク基板の吸水または吸湿により、光ディスク使用中で反りを生じたり、メモリー機能膜を劣化させ、耐用年数を低下させるおそれがあるので、好ましくない。

本発明において「複屈折」とは、日本光学工業(株)製ニコン®偏光顕微鏡を使用して、光線波長546nmでセナルモンコンベンサー法により、コンパクトディスク基板成形品の情報記録部の中央部分を基準として、1パスのリターデーションを測定したものをいう。基板の複屈折が50nmを超える場合には、光ディスクのメモリー機能膜の情報記録部分へ、レーザーを集中することが困難となるので、好ましくない。

非晶性熱可塑性樹脂には、必要に応じて、離型剤、流動性改良剤、熱安定剤、耐光性安定剤、帯電防止剤、および着色剤のような助剤を、適宜組み合わせ加えてもよい。

本発明に係る光ディスク基板を光ディスクとする際には、その表面に金属蒸着による金属被覆膜または有機系記録媒体の塗布膜等のメモリー機能

膜を設け、その上に保護膜等を施す等の手順により、目的の光ディスクに組み立てられる。この光ディスクは、コンパクトディスク、ビデオディスク、コンピュータ用光メモリディスク、光磁気ディスク、および光カード等の光学的高密度情報記録媒体として使用される。

#### 「発明の効果」

本発明は、以上詳細に説明したとおりであり、次のように特別に顕著な効果を奏し、その産業上の利用価値は極めて大である。

(1) 本発明に係る光ディスク基板は、ノナルノタクリレート樹脂よりなる光ディスク基板に比較して、吸水による変形が小さく、吸水に伴うメモリー機能膜の劣化が少なく、耐熱性が優れている。

(2) 本発明に係る光ディスク基板は、ポリカーボネート樹脂よりなる光ディスク基板に比較して、吸水による変形が小さく、表面が硬く、表面に傷がつき難い。

(3) 本発明に係る光ディスク基板は、ガラス

スケール・HRM)を測定した。

#### 荷重たわみ温度:

JIS K 7207-1983(A法)に従い、アニーリングなしの荷重たわみ温度を測定した。

#### 水素化率:

核磁気共鳴装置(NMR・日本電子(株)製G-270型)を使用して、ビニルシクロヘキサン系重合体の水素化クロロホルム溶液の<sup>13</sup>C分析値から、水素化率を算出した。

#### 分子量:

ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィー(GPC)法により、ポリスチレンの分子量測定方法に準拠して、ビニルシクロヘキサン系重合体の分子量を測定した。M<sub>w</sub>はポリスチレン換算重量平均分子量、M<sub>n</sub>はポリスチレン換算数平均分子量およびM<sub>w</sub>/M<sub>n</sub>はM<sub>w</sub>とM<sub>n</sub>の比を意味する。

#### 製造例1

内容積が5リットルの、水素化反応温度を調節するための電熱加熱装置、および電磁攪拌装置を備えた、ステンレス鋼製オートクレーブを準備し

製の光ディスク基板に比較して、密度が小さく軽量で、大量生産工程で製造可能であり生産性が優れている。

#### 「実施例」

次に、本発明を製造例および実施例に基づいて、更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の例に限定されるものではない。

なお、以下の例における各種物性は、次に記載の方法によって測定したものである。

#### 屈折率:

JIS K 7105-1981に従い、アッベ屈折計を使用して、厚さ $2.5 \pm 0.2$  mmの成形板の屈折率を測定した。

#### 密度:

JIS K 7112-1980(A法)に従い、蒸留水に浸漬して、厚さ $2.5 \pm 0.2$  mmの成形板の密度を測定した。

#### ロックウェル硬さ:

JIS K 7202-1982に従い、厚さ $1.0 \pm 0.5$  mmの成形品のロックウェル硬さ(M

た。このオートクレーブに汎用ポリスチレン(三菱モンサント化成(株)製造・ダイアレックスHH-102)300g、シクロヘキサン(試薬特級)2100g、ルテニウム水素化触媒(日本エンゲルハルド(株)製造・活性炭担体・5重量%ルテニウム担持・含水晶)100gおよびイソプロピルアルコール(試薬特級)150gをそれぞれ秤量し、予め混合した混合物として、オートクレーブ内に仕込んだ。仕込み終了後、オートクレーブ内雰囲気を窒素ガスで置換した。オートクレーブ内容物を、攪拌翼毎分1000回の速度で攪拌しながら、第1表に示す所定水素化反応温度まで昇温し、水素ガスを $4.5 \text{ kg/cm}^2$ の圧力で自動圧力調整器から導入した。水素化反応条件(温度および時間)を、第1表に示すように設定し、設定した条件に沿って昇温、維持させるとともに、オートクレーブ内圧力を $4.5 \text{ kg/cm}^2$ に維持するように、水素ガスの導入を続けた。

その後、水素化反応を終了し、オートクレーブ内温を室温まで冷却し、残存水素ガスをオートク



レーブから除去した後、内容物のシクロヘキサン溶液を取り出した。このシクロヘキサン溶液にあつたにシクロヘキサン約2,000gを追加し、遠心分離および濾過を行い、ルテニウム触媒および不溶性異物を除去した。無色透明となったシクロヘキサン溶液をノチルアルコール(試薬一級)10リットル中に注ぎ、ビニルシクロヘキサン重合体を析出させた。ビニルシクロヘキサン重合体を傾流法により分離し、ノチルアルコールで洗浄した後、減圧乾燥機により乾燥し、ビニルシクロヘキサン重合体を得た。

得られたビニルシクロヘキサン重合体の収量および各物性を測定し、結果を第2表に示した。

#### 製造例2

製造例1において使用したと同一のオートクレーブを用い、同一の手順で原料、溶媒、触媒を仕込んだ。水素化条件を第1表に示すように変更した以外は、同例におけると同様の手順により、水素化反応を続けた。反応を終了した後、ポリスチレン5gをシクロヘキサン反応溶液に加え、溶解

させた。その後、製造例1におけると同様に、触媒除去、析出、洗浄後、乾燥の各工程を経て、ビニルシクロヘキサン重合体を主成分とするポリマーを得た。

収量および各物性を測定し、結果を第2表に示した。

#### 製造例3

製造例1において使用したと同一のオートクレーブを用い、同例における汎用ポリスチレン300gに代えて、水中懸濁重合により製造したパラ・ターシャリー・ブチルスチレン・ポリマー( $M_w=20.4 \times 10^4$ ,  $M_n=11.2 \times 10^4$ ,  $M_w/M_n=1.82$ )300gを仕込んだ。水素化条件を第1表に示すように変更した以外は、製造例1におけると同様の手順により、水素化反応および後処理を行い、ポリ・ビニル・パラ・ターシャリー・ブチル・シクロヘキサンを得た。

収量および各物性を測定し、結果を第2表に示した。

#### 比較製造例1

#### 比較例1~3

比較製造例1で製造した水素化ポリスチレン(比較例1)、ポリカーボネート樹脂(三愛化成工業(株)製造・ノバレックス7020A)(比較例2)、およびノチルメタクリレート樹脂(協和ケミカル工業(株)製造・パラベットF-1000)(比較例3)を準備した。これら3種の樹脂から実施例1におけると同様に、射出成形法によりコンパクトディスク基板および物性試験片を製造した。

得られたコンパクトディスク基板および物性試験片について諸物性を測定し、結果を第3表に示した。

製造例1において使用したと同一のオートクレーブを用い、同例におけると同一の仕込処方に従つて原料、溶媒、触媒等を仕込んだ。水素化条件を第1表に示すように変更した以外は、同例におけると同様の手順により、水素化反応および後処理を行い、水素化ポリスチレンを得た。

収量および各物性を測定し、結果を第2表に示した。

#### 実施例1~3

製造例1~3で製造した3種類のビニルシクロヘキサン系重合体(A)を押出機でペレット化し、実施例1~3の成形用ペレットとした。各ペレットを原料としディスク成形用射出成形機(名機製作所(株)製造・ダイナメルタM-100ADM)を使用し、コンパクトディスク基板を製造した。このようにして得られたコンパクトディスク基板について模屈折を測定し、結果を第3表に示した。

また、3種のペレットを原料とし射出成形法により、物性試験片を作成し、この試験片について諸物性を測定し、結果を第3表に示した。

第 1 表

項目	水素化反応条件(温度および時間)	
	番号	製造例
製造例	1	140℃ 10時間 → 150℃ 20時間 → 170℃ 10時間
	2	150℃ 20時間 → 160℃ 15時間
	3	150℃ 20時間 → 160℃ 20時間
比較製造例1		140℃ 10時間

(但し、水素化反応圧力は4.5 kg/cm<sup>2</sup>である。)

第 2 表

項目	番号	取量 (g)	水素化率 (重量%)	分子分		M <sub>w</sub> /M <sub>n</sub>
				M <sub>w</sub> ×10 <sup>-4</sup>	M <sub>n</sub> ×10 <sup>-4</sup>	
製造例	1	298	97	9.2	5.0	1.84
	2	297	85	15.0	8.0	1.87
	3	290	83	7.3	4.6	1.59
比較製造例1		287	20	25.4	13.0	1.95

(但し、製造例2では水素化のポリスチレン5gを取量中に含む。)

第 3 表

項目	番号	適合体 種類	光線 透過率 (%)	複屈折 (nm)	屈折率 (n <sub>D</sub> )	吸水率 (重量%)	荷重たわみ 温度(℃) (7ニール無)	ロック ウェル硬さ (HRM)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
実施例	1	製造例1	90	0	1.514	0.02	142	95	0.94
	2	製造例2	89	6	1.520	0.03	134	90	0.96
	3	製造例3	89	0	1.510	0.02	140	90	0.90
比較例	1	比較製造例1	89	240	1.590	0.03	92	85	1.04
	2	ポリカーボネート樹脂	90	12	1.586	0.15	125	75	1.20
	3	アクリレート樹脂	92	4	1.491	0.30	86	95	1.19

第3表より、次のことが明らかとなる。

- (1) 本発明に係るビニルクロヘキサン系重合体(A)を主成分とする光ディスク基板は、光線透過率が高い。
- (2) ビニルクロヘキサン系重合体(A)を主成分とする光ディスク基板は、ポリカーボネート樹脂またはメチルメタクリレート樹脂よりなる光ディスク基板と較べて、吸水率が小さい。従って、メモリー機能膜を劣化させず、光ディスクにも反りを発生させるおそれが少ない。
- (3) ビニルクロヘキサン系重合体(A)を主成分とする光ディスク基板は、水素化率が低い水素化ポリスチレンまたはポリカーボネート樹脂よりなる光ディスク基板と較べて、複屈折が小さいことから、光ディスクに好適である。
- (4) ビニルクロヘキサン系重合体(A)を主成分とする光ディスク基板は、光線透過率が高い、複屈折が小さい、屈折率が小さい、吸水率が小さい、荷重たわみ温度が高い、ロックウェル硬さが大きい、密度が小さい等の特徴を有し、剛性質の

バランスが優れ、光ディスクとして好適なものである。

出願人 三菱モンサント化成株式会社

代理人 弁理士 長谷川 一

(ほか1名)